

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **09279184 A**(43) Date of publication of application: **28 . 10 . 97**

(51) Int. Cl. **C11D 3/04**
C11D 3/08
C11D 3/10
C11D 3/37
C11D 11/02
C11D 17/06

(21) Application number: **08095467**(22) Date of filing: **17 . 04 . 96**(71) Applicant: **LION CORP**

(72) Inventor: **HORIE HIROMICHI**
TAKAHASHI YOSHIHARU
IWABUCHI HIROYUKI
ABE SEIJI

(54) **DETERGENT BUILDER POWDER AND ITS
PRODUCTION**

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain detergent builder powder that is substantially free from surface-active agents, and has high oil absorptivity and excellent particulate strength.

SOLUTION: This detergent builder powder comprises water-soluble high-molecular compounds and detergent builders as main components, with substantial freedom from surface-active agents. The water-soluble

high-molecular compounds are selected from the group of sodium salt of carboxymethyl cellulose having a 1.0 or higher degree of etherification, sodium alginate and cross-linked polyacrylic acid or its alkali-metal salts, and have the following properties: Low-shear viscosity: 10-150 poise High-shear viscosity: 0.1-2 poise Thixotropy index: 20-300 The detergent builder powder is produced by spray-drying slurry the contains, as mentioned above, water-soluble high-molecular compounds and detergent builders and is substantially free from surface-active agents.

COPYRIGHT: (C)1997,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-279184

(43)公開日 平成9年(1997)10月28日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 1 D	3/04		C 1 1 D	3/04
	3/08			3/08
	3/10			3/10
	3/37			3/37
	11/02			11/02

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 9 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願平8-95467	(71)出願人	000006769 ライオン株式会社 東京都墨田区本所1丁目3番7号
(22)出願日	平成8年(1996)4月17日	(72)発明者	堀江 弘道 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内
		(72)発明者	高橋 由治 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内
		(72)発明者	岩淵 裕行 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内
		(74)代理人	弁理士 中村 稔 (外8名) 最終頁に続く

(54)【発明の名称】 洗浄ビルダー粉末及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 実質的に界面活性剤を含有せず、吸油性が大きくかつ粒子強度に優れた洗浄ビルダー粉末を提供する。

【解決手段】 主成分として、水溶性高分子化合物及び洗浄ビルダーを含有し、実質的に界面活性剤を含有しない。水溶性高分子化合物は、エーテル化度が1.0以上のカルボキシメチルセルロースナトリウム塩、アルギン酸ナトリウム、及び架橋型ポリアクリル酸又はそのアルカリ金属塩からなる群から選択され、かつ以下の特性を有する。

特性：

低シェア粘度 10～150ポイズ

高シェア粘度 0.1～2 ポイズ

チキソトロピック指数 20～300

上記洗剤ビルダーは、上記水溶性高分子化合物及び洗浄ビルダーを含有し、実質的に界面活性剤を含有しないスラリーを噴霧乾燥することによって製造される。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 水溶性高分子化合物及び洗浄ビルダーを含有し、実質的に界面活性剤を含有しない洗浄ビルダー粉末であって、前記水溶性高分子化合物が、エーテル化度が1.0以上のカルボキシメチルセルロースナトリウム塩、アルギン酸ナトリウム、及び架橋型ポリアクリル酸又はそのアルカリ金属塩からなる群から選択され、かつ以下の特性を有することを特徴とする洗剤ビルダー粉末。

特性：

低シェア粘度 10～150ポイズ

高シェア粘度 0.1～2 ポイズ

チキソトロピック指数 20～300

【請求項2】 請求項1に記載の水溶性高分子化合物と、洗浄ビルダーとを含有し、実質的に界面活性剤を含有しないスラリーを噴霧乾燥することを特徴とする洗浄ビルダー粉末の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、実質的に界面活性剤を含有せず、吸油性が大きくかつ粒子強度に優れた洗浄ビルダー粉末に関する。また、本発明は、環境負荷の少ない、かかる洗剤ビルダー粉末を製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来型の低嵩密度洗剤は、界面活性剤と洗浄ビルダーとを含有するスラリーを噴霧乾燥し、製造されていたが、省資源や消費者の利便性の点から、近年は噴霧乾燥によって得られた低嵩密度洗剤を圧密化処理し、高嵩密度化されたコンパクト洗剤を製造する技術が一般化し、消費者の間でも受け入れられている。更に、最近になって洗濯排水の環境への影響や、全自動洗濯機の普及及びドラム型洗濯機の導入に伴い、更にコンパクト化された洗剤を望む声が高まっている。しかしながら、このようなコンパクト型洗剤を実現するためには、界面活性剤の量を増やす必要があるが、界面活性剤を多く含有するスラリーを噴霧乾燥しようとした場合、乾燥効率が悪化するため、生産能力が低下する。これを補うために乾燥温度を高くすることが考えられるが、界面活性剤は熱に弱いので、現実には難しい。従来より、コンパクト型洗剤を製造する技術が検討されている。例えば、特開平4-339898号公報では、界面活性剤と、多種の洗浄ビルダー粉末とを無乾燥プロセスにより、圧密化処理し、界面活性剤を高濃度に含有する高嵩密度洗剤組成物を製造する技術が開示されている。しかしながら、従来の洗剤製造工程においては、噴霧乾燥を前提としているため、洗浄ビルダーを液状物の形態で貯蔵したり、供給するように構成されている。従って、上記の技術を利用しようとした場合、多種の洗浄ビルダー粉末のそれぞれについて、粉末状で取り扱うための新たな設備を必要とし、経済的には不都合を生じる。

【0003】一方、特開平5-209200号公報では、界面活性剤以外の成分、即ち、洗浄ビルダーを含有するスラリーを噴霧乾燥し、得られた乾燥粒子と界面活性剤とを乾式造粒装置に投入し、造粒処理を行う技術が開示されている。この技術は、従来型の低嵩密度洗剤を噴霧乾燥法によって製造する工程においては、製造設備の有効利用の面で一見メリットがあると考えられる。しかしながら、界面活性剤のようなバインダー成分を配合せずに、洗浄ビルダーを含有するスラリーを噴霧乾燥すると、微細な粒子が多量に発生してしまう。このような微細な粒子は、集塵装置では回収しきれず、その大部分が大気中に放出され、大気汚染を招く恐れがある。更に、一般に噴霧乾燥により得られた粒子は中空多孔質構造をとるため、界面活性剤のような油状物質を多量に含有させる意味では有効といえるが、その構造ゆえに粒子強度が弱くなり、輸送ライン中で粒子が壊れ、微粉が発生し、作業環境を悪化させることが問題となっていた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、吸油性が大きくかつ粒子強度に優れた洗浄ビルダー粉末を製造することができるとともに、環境負荷の少ない製造方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記課題を達成するために鋭意検討した結果、本発明に至ったものである。即ち、洗浄ビルダーのみを含有するスラリーは、界面活性剤のようなバインダー性増粘物質が含まれていないため、スラリーの静粘度は、水のようなサラッとした低粘度のものである。このようなスラリーを噴霧乾燥すると、スラリー液滴に熱がかかり、水が蒸発して乾燥粒子が生成される過程で、静粘度が低いために液滴が膨張しやすく、その結果、乾燥粒子の構造は外殻の厚みが薄くかつ多孔質となり、また内部の中空容積率も大きくなるため、乾燥粒子の強度が低下する。更に、噴霧乾燥法により、乾燥粒子を製造する場合、スラリーを加圧ノズル或いは回転ディスクにより微粒化し、これを乾燥する場合、加圧ノズル或いは回転ディスクにより、スラリーに高剪断力が加わり、スラリーの高剪断場における粘度が著しく低下し、その結果、スラリーが100μm以下の液滴に微粒化されて、集塵しにくい浮遊性の微粉となる。本発明者は、上記機構について詳細に検討した結果、特定の水溶性高分子化合物と、洗浄ビルダーとを併用し、この両者を含有するスラリーを噴霧乾燥すれば、吸油性が高くかつ粒子強度に優れた洗浄ビルダー粉末が得られ、しかも微細な粒子の発生を極めて抑制できることを見出し、本発明に到達したものである。

【0006】即ち、本発明は、水溶性高分子化合物及び洗浄ビルダーを含有し、実質的に界面活性剤を含有しない洗浄ビルダー粉末であって、前記水溶性高分子化合物

が、エーテル化度が1.0以上のカルボキシメチルセルロースナトリウム塩、アルギン酸ナトリウム、及び架橋型ポリアクリル酸又はそのアルカリ金属塩からなる群から選択され、かつ以下の特性：

低シエア粘度 10～150ポイズ

高シエア粘度 0.1～2 ポイズ

チキソトロピック指数 20～300

を有することを特徴とする洗剤ビルダー粉末に関する。

【0007】

【発明の実施の形態】以下、本発明について、更に詳細に説明する。本発明で使用される水溶性高分子化合物は、エーテル化度が1.0以上のカルボキシメチルセルロースナトリウム塩（以下、単に、「CMC-Na」と言う）、アルギン酸ナトリウム、及び架橋型ポリアクリル酸又はそのアルカリ金属塩から選ばれる。これらの水溶性高分子化合物は、単独で使用してもよく、又は混合物として使用してもよい。上記CMC-Naを構成するセルロースのピラノース環においては、エーテル化される水酸基の数は、最大で3個である。従って、エーテル化度は、最大で3である。CMC-Naの好ましいエーテル化度は、1.1～1.8であり、特に好ましくは、1.2～1.5とすることが適当である。CMC-Naの重量平均分子量は、通常、5万～50万、好ましくは10～40万が適当である。具体的なCMC-Naとしては、例えば、エーテル化度1.2、重量平均分子量12万のCMC-Naや、エーテル化度1.3、重量平均分子量25万のCMC-Na、更には、エーテル化度1.5、重量平均分子量30万のCMC-Na等が挙げられる。

【0008】本発明で使用されるアルギン酸ナトリウムの重量平均分子量は、通常、10万～40万、好ましくは15万～30万が適当である。具体的なアルギン酸ナトリウムとしては、例えば、紀文フードケミファ（株）製、ダックアルギンNSPM（重量平均分子量20万）や、紀文フードケミファ（株）製、ダックアルギンNSPH（重量平均分子量30万）等が好ましく挙げることができる。本発明で使用される架橋型ポリアクリル酸は、アクリル酸モノマーと、多官能性モノマーとの共重合によって得られるものである。多官能性モノマーとしては、例えば、以下の官能性モノマーを例示することができる。

（1）2官能性モノマー

この例としては、例えば、ジビニルベンゼンや、ジビニルスルホン、ジビニルスルフィット、ジビニルエーテル等のビニルモノマーや、アクリル酸グリシジルや、ジアクリル酸1, 3-ブタンジオール、ジアクリル酸エチレングリコール、テトラヒドロフルフルリアクリレート、N,N'-メチレンビスアクリルアミド等のアクリル化合物、メタクリル酸グリシジルや、ジメタクリル酸エチレングリコール、ポリエチレングリコールジメタクリレート、ジメタクリル酸1, 3-ブタンジオール等のメタク

リル化合物、エチレングリコールジグリシジルエーテルや、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、アリルグリシジルエーテル、エチレングリコールジグリシジルエーテルアクリレート等のエポキシ化合物、イソプロピルトリスチアロイルチタネートや、γ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン等の有機金属化合物、更には、ジアリルフタレート等が挙げられる。

（2）3官能性モノマー

この例としては、例えば、ペンタエリスリトールトリアクリレートや、トリメチロールプロパントリアクリレート、トリアクリル酸2-エチル-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール等のアクリル化合物や、トリメチロールエタントリメタクリレートや、トリメチロールプロパントリメタクリレート、トリメタクリル酸2-エチル-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール等のメタクリル化合物、トリアリルイソシアヌレートや、トリアリルトリメリテート等が挙げられる。

（3）4官能性モノマー

この例としては、例えば、テトラメチロールメタンテトラアクリレート等が挙げられる。

【0009】架橋型ポリアクリル酸は、多官能性モノマーに由来する官能基によって、架橋構造を構成する。この架橋型ポリアクリル酸は、アクリル酸モノマーと多官能性モノマーとを、多官能性モノマー/アクリル酸モノマー（重量比）で、通常、 10^{-4} ～0.05、好ましくは 5×10^{-4} ～0.01でラジカル重合反応させて得られたものである。なお、架橋型ポリアクリル酸のカルボン酸基は、ナトリウムや、カリウム、リチウム等のアルカリ金属と塩を形成していてもよい。架橋型ポリアクリル酸の重量平均分子量は、通常、10万～1000万、好ましくは100万～500万が適当である。架橋型ポリアクリル酸の具体例としては、例えば、日本純薬（株）製、レオジック252L（重量平均分子量、200万）や、日本純薬（株）製、レオジック250H（重量平均分子量400万）、日本純薬（株）製、ジュンロンPW111（重量平均分子量400万）等が好ましく挙げることができる。本発明においては、特に、噴霧乾燥する際の耐熱性の観点から、重量平均分子量が50万以上の架橋型ポリアクリル酸又はそのアルカリ金属塩が好適に用いられる。

【0010】なお、CMC-Naは、従来より再汚染防止効果が高いとされ、洗剤組成物に用いられているが、このような用途におけるCMC-Naのエーテル化度は、0.4～0.6であり、本発明で使用するCMC-Naのエーテル化度に比べて、大変に低い。しかも、このような低いエーテル化度のCMC-Naは、耐アルカリ性が悪いため、アルカリ金属塩と反応して、その一部または全部が水不溶性の繊維状物質に変化するため本発明には使用できない。また、キレート効果が高いとされ、洗剤組成物に用いられている直鎖型（分子構造内に架橋の

ない) のポリアクリル酸ナトリウムは、吸湿条件下では洗剤粒子の流動性をかえって悪化させるので本発明では使用できない。本発明で使用されるこれらの水溶性高分子化合物は、以下の特性を有することが必要である。

低シエア粘度 10～150ポイズ

高シエア粘度 0.1～2 ポイズ

チキソトロピック指数 20～300

ここで、低シエア粘度は、以下のモデル組成からなるスラリーの50℃におけるブルックフィールド シンクロレトリック (Brookfield Synchro-Lectric) 型粘度計を用いて、No. 4型ローター、回転数20rpmにおいて、30秒後に測定した値である。モデル組成のスラリーは、ゼオライト21重量部、亜硫酸曹達2重量部、炭酸ナトリウム21重量部、水溶性高分子化合物1重量部及び水55重量部からなる。

【0011】また、高シエア粘度は、以下のように測定する。即ち、同モデル組成からなるスラリーを50℃において、ハーケ ロトヴィスコ (Haake Rotovisko) 型粘度計MK500型を用い、ずり速度D (Sec.⁻¹) を0～1000まで連続的に変化させて、ずり応力 τ (ダイン/cm²) を測定する。このDと τ との関係を、下記的一般化ビンガム式に近似させて、定数A、B及びCを求め

$$\tau = A \times D^B + C$$

このようにして得られた式を用いて、D=1000 (Sec.⁻¹) における粘度を下記式より算出し、この粘度値 η を高シエア粘度とする。

$$\eta = \tau / D = (A \times D^B + C) / D$$

なお、ハーケ ロトヴィスコ型粘度計SV-1型ローター等は、任意のものを使用できるが、本発明では、主にローターとステーターとのクリアランス1.45mmを使用した。高シエア粘度は、ハーケ ロトヴィスコ型粘度計の他に、バイセンベルグ (Weissenberg Rheogoniometer) 型粘度計のような円錐-平板型粘度計、ビンガム (Bingham) 型粘度計のような加圧型粘度計等でも測定できるが、測定精度の点でハーケ ロトヴィスコ型粘度計が好ましい。

【0012】更に、チキソトロピー指数は、下記式により算出する。

チキソトロピック指数=低シエア粘度/高シエア粘度

低シエア粘度は、10～150ポイズであり、好ましくは20～120ポイズ、更に好ましくは30～100ポイズであることが好適である。この値が10ポイズ未満の場合、得られる洗浄ビルダー乾燥粒子の強度が不足するため好ましくない。一方、この値が150ポイズを超える場合、乾燥粒子の多孔度が低下し、界面活性剤などの油状物質の吸収性が失われること、更には、水溶性高分子化合物及び洗浄ビルダーを含有するスラリーの粘度が高くなるため輸送の点で好ましくない。高シエア粘度は、0.1～2ポイズであり、好ましくは0.2～1.5ポイ

ズ、更に好ましくは0.3～1.0ポイズであることが好適である。この値が0.1ポイズ未満の場合、スラリーの微粒化が良くなり過ぎて、乾燥した粉は微粉を多量に含むため、集塵性の点で好ましくない。一方、この値が2ポイズを超える場合、スラリーを噴霧乾燥する際に、スラリーの微粒化が悪くなり過ぎて、乾燥効率が低下することと、仮に乾燥できても、おたまじゃくし形の粒子が生成し、乾燥粒子の流動性が悪化するので好ましくない。

【0013】本発明の水溶性高分子化合物及び洗浄ビルダーを含有するスラリーは、ビンガム流体に近い塑性流動を示し、降伏点以上の応力に対しては見かけ粘度が低下して流動し、静置すると時間につれて粘度が回復する可逆的な現象、いわゆるチキソトロピック性を呈する。その度合いを示したのが、チキソトロピック指数であり、上記式で定義される。チキソトロピック指数は、20～300であり、好ましくは40～250、更に好ましくは80～200であることが好適である。チキソトロピック指数が、20未満の場合、乾燥粒子の吸油性が大きくなる反面、吸湿もし易くなるので好ましくない。一方、チキソトロピック指数が、300を超える場合、乾燥粒子の吸油性が低下するので好ましくない。水溶性高分子化合物は、噴霧乾燥した洗浄ビルダー粒子中に、乾燥粒子中での水溶性高分子化合物と洗浄ビルダーの重量比が、通常、水溶性高分子化合物/洗浄ビルダー=0.002～0.1、好ましくは、0.004～0.08、更に好ましくは0.006～0.07となるように含有される。乾燥粒子中での水溶性高分子化合物と洗浄ビルダーの重量比が、0.002未満では、得られた洗浄ビルダー粒子の強度改善の点で不足しており好ましくない。一方、乾燥粒子中での水溶性高分子化合物と洗浄ビルダーの重量比が、0.1を超えると、乾燥粒子の多孔度が低下し、吸油性が低下するので好ましくない。

【0014】水溶性高分子化合物は、噴霧乾燥した洗浄ビルダー粒子中に、通常0.2～8重量%、好ましくは0.4～7重量%、更に好ましくは0.6～6重量%で含有される。この量が0.2重量%未満では、得られる洗浄ビルダー粒子の強度改善の点で不足しており好ましくない。一方、8重量%を超えると、溶解性の劣化と吸油性の低下の面で好ましくない。洗浄ビルダーとしては、無機質ビルダー又は有機質ビルダーが特に制限なく使用できる。無機質ビルダーとしては、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸カリウム等の炭酸塩、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸水素ナトリウム等の亜硫酸塩、珪酸ナトリウム、アルミノケイ酸ナトリウム、結晶性層状珪酸塩等の珪酸塩、トリポリリン酸ナトリウム、ピロリン酸ナトリウム等の縮合リン酸塩が主として用いられる。有機質ビルダーは、必要に応じて用いられ、例えば、クエン酸塩、コハク酸塩等の有機酸塩、アクリル酸-マレイン酸共重合体、アクリル酸-メタクリル酸共重合体等の高分子キレートビルダー、EDTA、ニトリロ酢酸等などの

酢酸塩を用いることもできる。洗浄ビルダーは、噴霧乾燥粒子中に、通常、77～97重量%、好ましくは83～96重量%、更に好ましくは86～95重量%で含有される。洗浄ビルダーの含有量が77重量%未満だと、乾燥粒子の嵩密度が低くなり製造スペースが大きくなるため好ましくない。一方、洗浄ビルダーの含有量が97重量%を超えると粒子強度の改善が難しくなる。

【0015】また、噴霧乾燥粒子は水分を含んでおり、その含有量は、通常2～15重量%、好ましくは3～10重量%、更に好ましくは4～8重量%である。水分の含有量が2重量%未満だと、乾燥により消費されるエネルギーが多くかかり経済的ではないことに加え、仮に乾燥しても吸湿しやすくなるため無駄である。一方、水分の含有量が15重量%を超えると、乾燥粒子の流動性が悪化するので好ましくない。本発明の洗浄ビルダー粉末には、通常洗剤原料に配合されている蛍光剤（例えば、ビス（トリアジニルアミノ）スチルベンジスルホン酸誘導体、ビス（スルホスチリルピフェニル塩〔チノパールCBS〕等）や、増量剤（例えば、硫酸ナトリウム、硫酸カリウム、塩化ナトリウム等）等の各種の添加剤を配合することができる。これらの成分は、水溶性高分子化合物と洗浄ビルダーのスラリー調製時に配合してもよく、また、乾燥により得られた粒子に被覆してもよい。なお、洗浄ビルダー粉末は、界面活性剤を実質含まない。次に、本発明の洗浄ビルダー粉末の製造方法について説明する。本発明の洗浄ビルダー粉末は、水溶性高分子化合物と洗浄ビルダーを含有するスラリーを調製し（工程A）、次いで、得られたスラリーを噴霧乾燥する（工程B）ことによって製造することができる。

【0016】本発明では、工程（A）が重要なポイントである。スラリーの調整においては、具体的には、所定量の水に、水溶性高分子化合物を溶解させた後、洗浄ビルダーを添加し、混合してスラリーを調製する。なお、水に洗浄ビルダーを添加した後、水溶性高分子化合物を添加すると、水溶性高分子化合物がダマ化し易く、溶解するのに長時間を要するので好ましくない。工程（B）における噴霧乾燥は、一般的な噴霧乾燥装置、例えば、加圧ノズル型噴霧乾燥装置や、ディスク型噴霧乾燥装置等によって実施することができる。生産能力と粒子径制御の容易さの点では、加圧ノズル型噴霧乾燥装置が好適に用いられる。水溶性高分子化合物は、スラリー中に通常、0.1～2重量%、好ましくは0.2～2重量%、更に好ましくは0.3～2重量%で含有される。水溶性高分子化合物の含有量が0.1重量%未満だと、スラリーを噴霧乾燥した際の微粉の抑制と、乾燥粒子の強度改善の効果も少なくなる。一方、2重量%を超えると、スラリーがゲル状になり易い。スラリー中での洗浄ビルダーの含有量は、通常、18～59重量%、好ましくは23～54重量%、更に好ましくは28～49重量%である。洗浄ビルダーの含有量が18重量%未満だと、乾燥により蒸

発させる水分が多くなるため、省エネ、省資源の点で不利となり易い。また、生産能力の点で非効率となり易い。一方、洗浄ビルダーの含有量が59重量%を超えると、スラリー中の洗浄ビルダーの溶け残りが多くなるため、輸送配管内で沈殿や、凝結を生じ易く、管の閉塞や、摩耗の問題を生じ易い。

【0017】スラリーの水分は、通常、40～80重量%、好ましくは45～75重量%、更に好ましくは50～70重量%である。スラリーの水分量が80重量%を超えると、省エネ、省資源の点で好ましくない。一方、40重量%未満だと、スラリー中の洗浄ビルダーの溶け残りが多くなり易いため、輸送配管の閉塞や、摩耗を生じさせ易い。スラリーの温度は、通常、30～80℃、好ましくは40～70℃、更に好ましくは45～65℃である。この温度が30℃未満の場合には、水溶性高分子化合物及び洗浄ビルダーを溶解するのに長時間を要するため経済的ではない。一方、80℃を超えると、水溶性高分子化合物の一部が解重合反応等を起こし易く、スラリーのチキソトロピック指数が上昇し、スラリーの微粒化が良くなり過ぎて、乾燥した粉は微粉を多量に含み易い。本発明の洗浄ビルダー粉末は、通常、平均粒子径200～1000μm、好ましくは250～800μm、特に好ましくは300～700μmであり、嵩密度は0.15～0.50g/ml、好ましくは、0.18～0.40g/ml、特に好ましくは0.20～0.35g/mlである。特に、嵩密度は、乾燥粒子の多孔性、即ち、吸油性の代用評価尺度であり、嵩密度が0.15g/ml未満では、粒子骨格が少ないため、強度が弱くなり易い。一方、0.50g/mlを超えると、粒子の多孔性が少なくなり、より多くの界面活性剤を含有する洗剤を製造する目的には好ましくない。

【0018】本発明の洗浄ビルダー粉末は、高嵩密度粒状ノニオン洗剤組成物の原料として好適に利用することができる。洗剤組成物を製造する際に、この洗浄ビルダーを界面活性剤とともに混合し、圧密化・造粒処理を行ってもよく、また、この洗浄ビルダーにノニオン界面活性剤等を含浸させた高嵩密度粒子を調製した後、洗剤の他の成分を含有する高嵩密度粒子とをブレンドしてもよく、特に限定されるものではない。

【0019】

【実施例】以下、本発明について、実施例及び比較例により更に詳細に説明する。なお、実施例及び比較例においては、得られた洗剤ビルダーは、以下の試験方法により評価した。

〔乾燥粒子の強度試験〕乾燥粒子の内、JIS24メッシュパス42メッシュオンの粒子を採取し、これを風速30m/秒の空気が流れているSUS304配管（直系10cm×長さ20m）中を通過させ、通過前後の粒子径及び嵩密度を測定した。なお、粒子強度が弱い程、通過後の嵩密度は大きくなり、かつ粒子径も小さくなる。

〔流動性試験〕 J I S Z 2 5 0 2 に基づいて安息角を排出法で測定した。

〔乾燥粒子の形状〕 光学顕微鏡を用いて観察した。

〔高密度〕 J I S Z 2 5 0 4 に準じて、高密度を測定した。

〔吸油量〕 J I S K 6 2 2 0 に準拠した。

〔耐熱性〕 試料を恒温槽に入れ、2℃/分の昇温速度で加熱し、試料の変色する温度を測定した。

実施例 1 ～ 1 4 及び比較例 1 ～ 5

5 0℃で水に、以下の表 1 に示すように、蛍光剤と水溶性高分子を溶解させた後、同表 1 に示すように、洗浄ビルダーを加えて、スラリーを調製した（水分 5 5 重量 %）。次いで、このスラリーを噴霧ノズルを用いてスプレードライヤー内に噴霧し、熱風温度 2 6 0 ～ 3 0 0℃で乾燥した。

〔使用原料〕 実施例及び比較例で使用した水溶性高分子化合物及び洗浄ビルダーは、以下の通りである。

水溶性高分子化合物

（1）水溶性高分子化合物－1（参考）

ポリビニルアルコール（日本合成化学工業（株）製、ゴ－セノール GM－1 4 L）

低シエア粘度＝0. 6、高シエア粘度＝0. 1、チキソトロピック指数＝6

（2）水溶性高分子化合物－2（参考）

直鎖型ポリアクリル酸ナトリウム（日本純薬（株）製、ジュリマー AC－1 0 S、平均分子量 5 千）

低シエア粘度＝0. 1、高シエア粘度＝0. 0 1、チキソトロピック指数＝1 0

（3）水溶性高分子化合物－3

カルボキシメチルセルロースナトリウム塩（ダイセル化学工業（株）製、CMC ダイセル 1 3 3 0、平均分子量 1 2 万、エーテル化度 1. 2）

低シエア粘度＝1 0、高シエア粘度＝0. 3 3、チキソトロピック指数＝3 0

（4）水溶性高分子化合物－4

アルギン酸ナトリウム（紀文フードケミファ（株）製、ダックアルギン NS PM、平均分子量 2 0 万）

低シエア粘度＝3 4、高シエア粘度＝0. 7 8、チキソトロピック指数＝4 4

（5）水溶性高分子化合物－5（参考）

メチルセルロース（信越化学工業（株）製、メトローズ SM 1 5 0 0、メトキシ化度 1. 8）

低シエア粘度＝1. 5、高シエア粘度＝0. 3 3、チキソトロピック指数＝5 0

（6）水溶性高分子化合物－6

カルボキシメチルセルロースナトリウム塩（ダイセル化学工業（株）製、CMC ダイセル 1 3 5 0、平均分子量 2 5 万、エーテル化度 1. 3）

低シエア粘度＝3 2、高シエア粘度＝0. 6 1、チキソトロピック指数＝5 2

（7）水溶性高分子化合物－7

アルギン酸ナトリウム（紀文フードケミファ（株）製、ダックアルギン NS PH、平均分子量 3 0 万）

低シエア粘度＝1 1 0、高シエア粘度＝0. 8、チキソトロピック指数＝6 1

（8）水溶性高分子化合物－8

カルボキシメチルセルロースナトリウム塩（ダイセル化学工業（株）製、CMC ダイセル 1 3 8 0、平均分子量 3 0 万、エーテル化度 1. 5）

低シエア粘度＝6 4、高シエア粘度＝0. 9、チキソトロピック指数＝7 1

（9）水溶性高分子化合物－9

架橋型ポリアクリル酸ナトリウム（日本純薬（株）製、レオジック 2 5 2 L、平均分子量 2 0 0 万）

低シエア粘度＝3 5、高シエア粘度＝0. 3 5、チキソトロピック指数＝1 0 0

（10）水溶性高分子化合物－1 0

架橋型ポリアクリル酸ナトリウム（日本純薬（株）製、レオジック 2 5 0 H、平均分子量 4 0 0 万）

低シエア粘度＝4 8、高シエア粘度＝0. 3、チキソトロピック指数＝1 6 0

（11）水溶性高分子化合物－1 1（参考）

カルボキシメチルセルロースナトリウム塩（ダイセル化学工業（株）製、CMC ダイセル 1 1 9 0、平均分子量 1 8 万、エーテル化度 0. 6）

低シエア粘度＝5、高シエア粘度＝0. 0 3、チキソトロピック指数＝1 6 7

（12）水溶性高分子化合物－1 2

架橋型ポリアクリル酸（日本純薬（株）製、ジュンロン PW 1 1 1、平均分子量 4 0 0 万）

低シエア粘度＝7 0、高シエア粘度＝0. 3 6、チキソトロピック指数＝1 9 4

（14）水溶性高分子化合物－1 5（参考）

直鎖型ポリアクリル酸ナトリウム（日本純薬（株）製、ジュリマー AC－1 0 SH、平均分子量 百万）

低シエア粘度＝4 1、高シエア粘度＝0. 0 4、チキソトロピック指数＝1 0 2 5

洗浄ビルダー

（1）洗浄ビルダー－1

炭酸ナトリウム：粒灰（旭硝子（株）製）

（2）洗浄ビルダー－2

アルミノ珪酸ナトリウム：A 型ゼオライト（水沢化学工業（株）製）

（3）洗浄ビルダー－3

亜硫酸ナトリウム：亜硫酸曹達（神州化学（株）製）

（4）洗浄ビルダー－4

炭酸カリウム：顆粒品（旭硝子（株）製）

（5）洗浄ビルダー－5

アクリル酸とマレイン酸のコポリマー：ソカラン CP 5

（BASF 社製）

なお、表1で使用了た蛍光剤は、2:4,4'-ビス
(2-スルホスチリル)ピフェニルジナトリウム
(チバガイギー(株)製、チノパールCBS-X) *

*【0020】

【表1】

表1

実施例

(重量%)	1	2	3	4	5	6	7
<u>水溶性高分子化合物</u>							
3	3						
4		3					
6			3				
7				3			
8					3		
9						3	
10							3
<u>洗浄ビルダー</u>							
1	38	40	43	20	56	38	38
2	38	36	38	56	29	38	38
3	2	1	2	2	2	2	2
4	2	3	2	5	5	2	2
5	10	10	5	5	5	10	10
水	6.6	6.6	6.6	6.6	6.6	6.6	6.6
蛍光剤	0.4	0.5	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
<u>乾燥粒子特性</u>							
形状	球状	球状	球状	楕円状	球状	球状	球状
大気への放出	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし
平均粒子径 μm	600	400	400	300	370	400	380
<u>粒子強度試験</u>							
平均粒子径(μm)							
通過前	500	500	500	500	500	500	500
通過後	350	440	440	495	480	480	500
嵩密度(g/cc)							
通過前	0.17	0.24	0.24	0.30	0.32	0.25	0.26
通過後	0.28	0.29	0.29	0.30	0.34	0.25	0.26
流動性(°)	40	40	40	43	40	40	40
耐熱性(°C)	250	220	250	220	250	400	400
吸油量ml/100g	150	145	140	135	130	125	120

【0021】

【表2】

表1(続き)

実施例

(重量%)	8	9	10	11	12	13	14
<u>水溶性高分子化合物</u>							
10		0.8	0.5	0.3	5	6.5	7.7
12	3						
<u>洗浄ビルダー</u>							
1	40	43	43	28	47	30	31
2	36	43	40	50	20	48	30
3	4	1.2	3	2	5	2	2
4	5		5	10		2	10
5	5	8	6	4	10	2	4
水	6.6	3.6	5.4	5.1	12	8.7	14.7

	0.4	0.4	0.1	0.6	1	0.6	0.6
蛍光剤	0.4	0.4	0.1	0.6	1	0.6	0.6
乾燥粒子特性							
形状	球状	球状	球状	球状	球状	球状	球状
大気への放出	なし	なし	なし	僅か	なし	なし	なし
平均粒子径 μm	360	400	420	440	360	340	320
粒子強度試験							
平均粒子径 (μm)							
通過前	500	500	500	500	500	500	500
通過後	500	490	480	460	500	500	500
嵩密度 (g/cc)							
通過前	0.33	0.25	0.24	0.22	0.22	0.24	0.20
通過後	0.33	0.26	0.26	0.26	0.22	0.24	0.20
流動性 (°)	40	35	30	40	45	42	50
耐熱性 (°C)	400	400	400	400	400	400	400
吸油量ml/100g	115	121	123	125	115	110	105

【0022】

【表3】

表1 (続き)

比較例

(重量%)	1	2	3	4	5
水溶性高分子化合物					
1 (参考)	3				
2 (参考)		3			
5 (参考)			3		
11 (参考)				3	
14 (参考)					3
洗浄ビルダー					
1	38	38	38	38	38
2	38	38	38	38	38
3	2	2	2	2	2
4	2	2	2	2	2
5	10	10	10	10	10
水	6.6	6.4	6.6	6.6	6.6
蛍光剤	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
乾燥粒子特性					
形状	球状	球状	球状	球状	球状
大気への放出	多い	極多い	なし	極多い	極多い
平均粒子径 μm	750	800	700	650	350
粒子強度試験					
平均粒子径 (μm)					
通過前	500	500	500	500	500
通過後	130	90	150	180	450
嵩密度 (g/cc)					
通過前	0.14	0.12	0.16	0.18	0.26
通過後	0.53	0.58	0.52	0.50	0.30
流動性 (°)	45	45	40	40	40
耐熱性 (°C)	180	400	250	250	400
吸油量ml/100g	180	160	140	100	50

【0023】

【発明の効果】本発明によれば、特定の物性を有する特

50 定の水溶性高分子化合物を配合することにより、吸油性
 が大きくかつ粒子強度に優れた洗浄ビルダー粉末と環境

負荷の少ない製造方法を提供することができる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 1 1 D 17/06

C 1 1 D 17/06

(72) 発明者 阿部 誠治

東京都墨田区本所 1 丁目 3 番 7 号 ライオ 10

ン株式会社内